

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

MicroPatent® PatS arch FullText: Record 1 of 1

S arch scope: US EP WO JP; Full patent spec.

Years: 1976-2001

Text: Patent/Publication No.: JP04006624

[no drawing available]

[Download This Patent](#)

[Family Lookup](#)

[Go to first matching text](#)

JP04006624

PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM

HITACHI LTD

**Inventor(s): OBATA MAKOTO ; SUDO RYOICHI ; TAJIMA TETSUO ; KOKADO YUICHI ;
MATSUNUMA SATORU ; NAKANO FUMIO ; OTA SAKAE**

Application No. 02107561, Filed 19900425, Published 19920110

Abstract: PURPOSE: To improve the adhesiveness between the surface of a protective film and a lubricant with a simple equipment by subjecting the protective film to any of a ultrasonic (UV) treatment, UV+ozone treatment and UV+ozone+ water treatment.

CONSTITUTION: The protective film is formed on a base material having a magnetic material and the surface of this protective film is treated with any of UV, UV+ ozone or UV+ozone+water, by which the surface is polarized and the adhesiveness to the lubricant of a fluorine system is improved. The UV treatment refers to irradiation with UV light of 150 to 400nm wavelength and the UV+ozone treatment refers to a method of spraying ozone simultaneous ly with the above-mentioned treatment. The UV+ozone+water treatment refers to the spraying of steam in addition to the UV+ozone treatment. The association or chemical bond of the polar groups of the lubricant with the polar groups on the surface of the protective film is executed in this way, by which the adhesiveness of the lubricant onto the protective film is improved. The equipment is thereby simplified and the conduction of the operations in a short period of time is possible.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

Int'l Class: G11B00584;

MicroPatent Reference Number: 000242828

COPYRIGHT: (C)JPO

⑫ 公開特許公報(A)

平4-6624

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)1月10日

G 11 B 5/84

B

7177-5D

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全5頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体の製造方法

⑯ 特 願 平2-107561

⑰ 出 願 平2(1990)4月25日

⑱ 発 明 者 小 幡 誠 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内

⑲ 発 明 者 須 藤 亮 一 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内

⑲ 発 明 者 田 嶋 哲 夫 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内

⑲ 発 明 者 小 角 雄 一 神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内

⑳ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

㉑ 代 理 人 弁理士 小川 勝男 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

磁気記録媒体の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 基材上に磁性膜、保護膜が設けられ、保護膜の表面を紫外線(以下、UVと称す。)処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理のいずれかを施した後、フッ素系の潤滑剤を塗布した磁気記録媒体の製造方法。
2. 前記保護膜が炭素系材料あるいは炭化水素系材料を主成分としていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。
3. 前記保護膜が金属の炭化物、窒化物および酸化物を主成分としていることを特徴とする請求項1記載の磁気記録媒体の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、電子機器等の情報記録に用いる磁気記録媒体の製造方法に関するものである。

〔従来の技術〕

磁気ディスク、磁気テープにおいては、基材上に磁性体を塗布して記録を可能としている。記録された情報を外部からの衝撃等から守るためには、磁性体上に保護膜を設ける必要がある。しかし、記録・再生時に停止、滑動を繰り返し行なうため、磁気ヘッドと保護膜との間で摩擦が生じ、保護膜が摩耗してしまう問題があった。これを防止するために、保護膜上に潤滑剤を塗布することが行なわれているが、保護膜と潤滑剤との付着力が弱いために、繰り返しの動作で潤滑剤が剥がれたり、はじいたりするという新たな問題が生じた。その解決法として保護膜に表面処理を施すことにより、表面を惰性化することが行なわれている。例えば、特開昭62-150526では、カーボン保護膜にプラズマ処理を施しており、又、特開昭63-2117では、蒸着層表面にプラズマ処理、グロー処理、コロナ放電処理のいずれかを施している。

〔発明が解決しようとする課題〕

これら従来の方法は、真空装置あるいは高電圧を使うため設備が大きく作業が複雑となり、しか

も作業時間が長くなる。又、潤滑剤の付着力も不十分であるという問題があった。

本発明の目的は、設備が簡単であり、作業が短時間でこなえ、尚かつ潤滑剤の付着性に優れる磁気記録媒体を得ることにある。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、磁性体を有する基材上に、炭素系、炭化水素系あるいは、金属の炭化物、窒化物および酸化物を主成分とする保護膜を形成し、その保護膜表面をUV、UV+オゾン、UV+オゾン+水のいずれかで処理することにより、表面を極性化し、フッ素系の潤滑剤との付着性を向上させた磁気記録媒体の製造方法である。

ここでUV処理とは、波長150nm～400nmのUV光を照射することであり、光源には低圧水銀ランプ、高圧水銀ランプ、超高圧水銀ランプ等を用い、照度は30mW/cm²以上、好ましくは100mW/cm²以上とする。又、UV+オゾン処理とは、上記の処理と同時に、オゾンを吹き付ける方法である。オゾンは、オゾンナイザーにより発生させ、

流量は1～10g/min、濃度は10g/m³以上、好ましくは100g/m³以上とする。UV+オゾン+水処理とは、UV+オゾン処理に加えて水蒸気を吹き付けることである。水蒸気は、例えば、オゾンガスを水の入ったバブラーを経由させ、オゾンと共に吹き付ける方法や、直接吹き付ける方法がある。処理効果は、UV処理において従来のプラズマ処理に比して著しく能率良く発揮される。UV処理よりも能率良く処理するためには、UV+オゾン処理が良く、さらに一層能率良く処理するためには、UV+オゾン+水処理が有効である。上記の処理は、片面を行なう方法の他、磁気ディスク等では基板の両面に同時に行なうこともできる。

本発明において、基材にはポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリフェニレンサルファイド、ポリアミドイミド、ポリエステルイミド、ポリイミド等の高分子フィルムや、AlおよびAl合金、マイラ、セラミックス、ガラス等のハード材を使用し、これらの上部に、

Co-Ni-Zr、Co-Ni-Ti、Co-Ni-Pt、Co-Ni-Cr、Co-Ni-Mo、Co-Ni-Al、Co-Cr-Ti、Co-Cr-Pt、Co-Cr、Co-Al、Co-Fe、Co-Ta、Co-Re、Co-W、Co-Ru、Co-Mo等を成分とする磁性体を塗布し磁性膜を形成する。

さらに、磁性膜上に保護膜をスパッタ法、真空蒸着法、イオンプレーティング法、CVD法等により形成する。保護膜には、炭素系、炭化水素系、金属の炭化物、窒化物および酸化物があり、炭素系にはグラファイト状C、ダイヤモンド状C、炭化水素系には水素含有アモルファスC、金属の炭化物にはB₄C、WC、WNiC、金属の窒化物には(TiV)N、(TiNb)N、(TiTa)N、(ZrV)N、(ZrTa)N、(ZrW)N、(WNb)N、(WCr)N、(NbCr)N、NbN、金属の酸化物にはAl₂O₃、(ZrAl)O、(ZrNb)O、ZrY-AlO₂等がある。

上述の処理を施した保護膜上に、濃度0.1～1%のフッ素系の潤滑剤をディップ、スピンコート、スプレーコート等により塗布する。フッ素系の潤滑剤としては分子骨格中にフルオロカーボン骨格を有する化合物を用いることができる。例えば、パーフルオロカルボン酸エステル、パーフルオロチオールカルボン酸エステル、パーフルオロジカルボン酸エステル、パーフルオロカルボン酸パーフルオロアルキルエステル、パーフルオロ安息香酸エステル、カルボン酸パーフルオロアルキルエステル、ジカルボン酸パーフルオロアルキルエステル、カルボン酸パーフルオロアルコキシアルキルエステル、パーフルオロカルボン酸アミド、パーフルオロポリエーテル、パーフルオロポリエリエーテルカルボン酸、パーフルオロポリエーテルアルコール、パーフルオロポリエーテルエステル等がある。

〔作用〕

上記の処理を行なうことにより、保護膜表面にケトン基(=C=O)、水酸基(-OH)、酸

(-COOH)、過酸化物($\equiv\text{COOH}$)等の極性基が効率良く形成される。これによって、潤滑剤の極性基が保護膜表面の極性基と会合又は化学結合することが可能となり、保護膜上への潤滑剤の付着性が向上する。

[実施例]

以下、本発明の具体的な実施例について詳細に説明する。

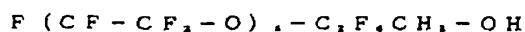
実施例 1

$\phi 130\text{mm}$ のA4基板上に、Ni-P、Cr、Co-Ni-Zrを順次 $10\mu\text{m}$ 、 420nm 、 50nm 形成し真空槽内に設置した。真空槽内を 10^{-6}Torr 以上の真空度にした後、アルゴンガス(ガス圧: 10mTorr)を導入し、ターゲットにはグラファイトを用いてスパッタ法により、 45nm の炭素系の保護膜を形成した。次に、保護膜を極性化する処理として、波長 185nm および 254nm 、照度 $100\text{mW}/\text{cm}^2$ 以上であるUV光を所定時間照射した(UV処理)。又、上記の処理と同時に、基板上部より、流量 $3\text{L}/\text{min}$ 、

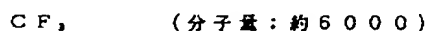
来のプラズマ処理方法では2分程度かかっていたが、本発明のUV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理では30秒程度で行なうことができる。

実施例 2

保護膜表面に実施例1に示した処理と同様の各種処理(実施例:UV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理、比較例:プラズマ処理)を施した基板を、処理後直ちに濃度0.3%の潤滑剤中に浸した。1分間浸した後フロン113中に3分間浸し余分な潤滑剤を取り除いた。潤滑剤には、



|



を用いた。潤滑剤を塗布した基板について、FT-IRにより潤滑剤の膜厚を測定すると第2図に示したようになり、従来のプラズマ処理方法では $1.5\sim 2\text{nm}$ であった潤滑剤の膜厚を、本発明のUV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水

濃度 $100\text{g}/\text{m}^3$ 以上であるオゾン吹き付け同様の処理を行なった(UV+オゾン処理)。オゾンはオゾンナイザー(原料:酸素ガス、電圧: 150V 、電流: 5A)により発生させた。UV+オゾン処理において、オゾンナイザーでオゾンを発生後、ガラス容器内に入れた純水中を通したものを、保護膜表面に吹き付ける処理も行なった(UV+オゾン+水処理)。

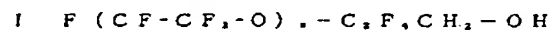
一方、保護膜を極性化する処理の比較例として 10^{-6}Torr 以上の真空度に保った槽内に、保護膜を形成した基板を設置し、酸素ガス(ガス圧: 200mTorr)を導入し、 $0.15\text{W}/\text{cm}^2$ の電力でプラズマ処理を行なった。

以上に述べた処理法について、処理直後の保護膜表面の接触角を水を用いて測定すると、第1図に示すようになる。従来の方法であるプラズマ処理では、接触角が 10 度前後までにしか下がらないのに対し、UV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理では 5 度前後まで下がっている。又、保護膜の接触角を 10 度以下にするのに、従

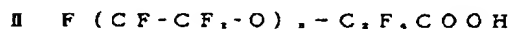
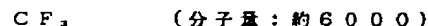
処理を施すことによって $3\sim 8\text{nm}$ にすることができ

実施例 3

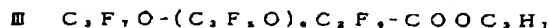
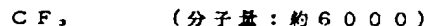
保護膜が炭素系、タングステン-炭素系、チタン-チッ素系の場合と、潤滑剤が



|



|



の場合それぞれの組合せにおいて各処理法での膜厚を測定した。保護膜の形成法は、炭素系の保護膜については実施例1と同様の方法で行ない、タングステン-炭素系、チタン-チッ素系保護膜は、実施例1と同様に磁性膜を形成したA4基板を真空槽内に設置し、 10^{-6}Torr 以上の真空度に保った槽内に、混合比1:1のアルゴンガスと

チッ素ガスとの混合ガス(ガス圧:10mTorr)を導入し、32KV/mの電力をかけスパッタ法により45nmの保護膜を形成した。これらの基板それぞれに実施例1で示した処理と同様のUV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理、及び、プラズマ処理を5分間施し、実施例2と同様の方法で潤滑剤I、II、IIIを塗布し膜厚を測定した。第1表に示したように、本発明に係るUV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理を施した保護膜は、比較例のプラズマ処理を施した保護膜に比し、潤滑剤の付着膜厚が著しく大きくなる。尚保護膜の成分の違いあるいは潤滑剤の成分の違いによる変化はほとんど見られない。

又、炭素系の保護膜と潤滑剤Iの組合せについて、CSS(Contact-Start-Stop)試験を10K回行なった時のCSS-接線力を求めたところ、比較例のプラズマ処理では5~6gfであるのに対し、本発明のUV処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理では、2~4gfとなった。以上の結果からも、本発明の処理

法により保護膜と潤滑剤の付着性が向上したことは明らかである。

第1表

処理法	潤滑剤	I	II	III
	保護膜の成分			
UV	炭化水素	3.8	3.2	3.6
	タングステン-炭素	3.0	2.9	2.9
	チタン-チタニウム	3.3	3.1	3.2
UV+オゾン	炭化水素	7.8	7.4	7.6
	タングステン-炭素	6.8	6.3	6.6
	チタン-チタニウム	7.0	6.8	6.8
UV+オゾン+水	炭化水素	8.0	7.7	7.8
	タングステン-炭素	7.6	7.4	7.5
	チタン-チタニウム	7.9	7.7	7.9
プラズマ	炭化水素	2.2	2.0	2.0
	タングステン-炭素	1.9	1.5	1.7
	チタン-チタニウム	1.9	1.7	1.9

単位: nm

[発明の効果]

本発明によれば、磁気記録媒体の保護膜にUV

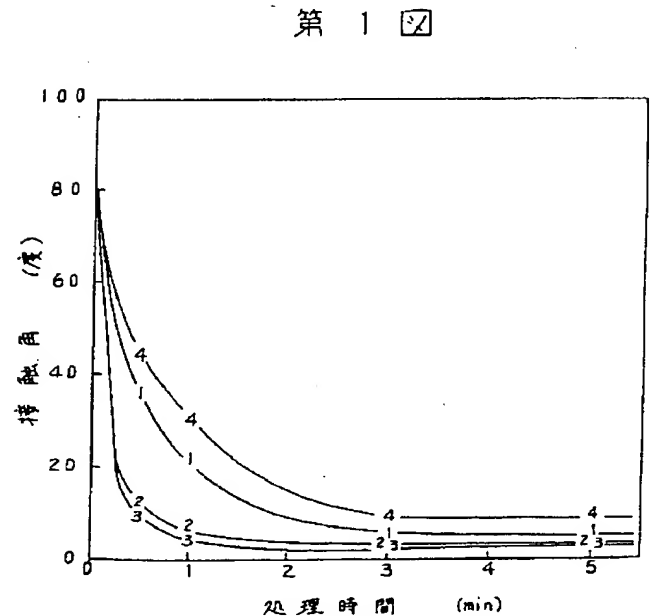
処理、UV+オゾン処理、UV+オゾン+水処理のいずれかを施すことにより、真空系を使用しない簡易な設備で、保護膜表面と潤滑剤との付着性を著しく向上することができる。これにより、磁気記録媒体実働時に、磁気記録媒体と磁気ヘッドとの潤滑が円滑になり、磁気記録媒体の信頼性向上、長寿命化を達成できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、各処理方法についての処理時間と水の接触角との関係を示すグラフ、第2図は、各処理方法についての処理時間と潤滑剤の膜厚との関係を示すグラフである。

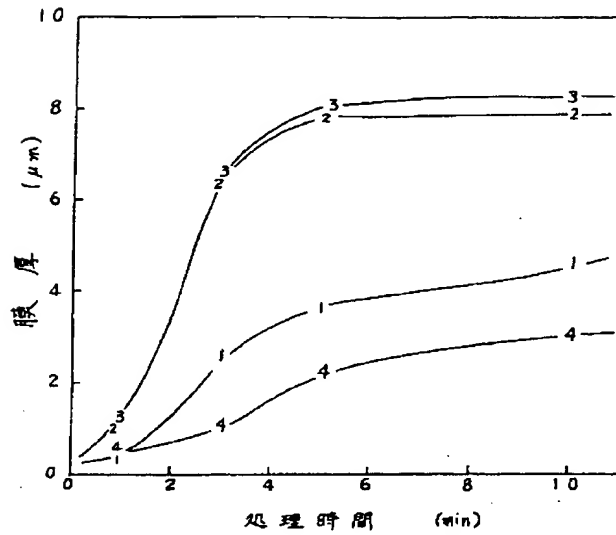
符号の説明

- 1…UV処理、2…UV+オゾン処理、
3…UV+オゾン+水処理、4…プラズマ処理。



代理人 弁理士 小川勝男

第 2 図



第1頁の続き

⑦発明者	松 沼	悟	神奈川県横浜市戸塚区吉田町292番地 株式会社日立製作所生産技術研究所内
⑧発明者	中 野	文 雄	神奈川県小田原市国府津2880 株式会社日立製作所小田原工場内
⑨発明者	太 田	栄	神奈川県小田原市国府津2880 株式会社日立製作所小田原工場内